

**BEST AVAILABLE COPY**

L1 ANSWER 1 CA COPYRIGHT 2001 ACS

AN 103:38692 CA

TI Monoazo disperse dyes

PA Nippon Kayaku Co., Ltd., Japan

SO Japan Kokai Tokkyo Koho, 8 pp.

CODEN: JKXXAF

DT Patent

LA Japanese

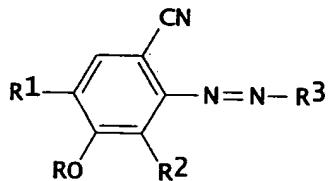
IC ICM C09B-029/085

ICS C09B-029/12; C09B-029/36; C09B-029/42

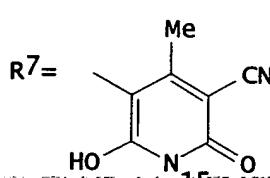
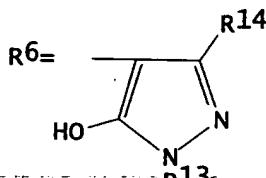
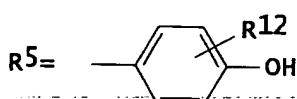
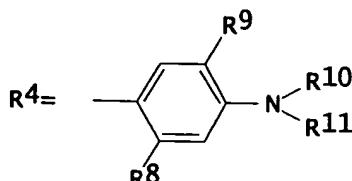
CC 41-3 (Dyes, Organic Pigments, Fluorescent Brighteners, and Photographic Sensitizers)

FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI	JP--60044557	A2	19850309	1983JP-0151702	19830822
GI					



I



AB The title dyes for polyester fibers were prepared having the general formula I [R = H, Me, Et; R1, R2 = MeO<sub>2</sub>C, EtO<sub>2</sub>C (or R2 = H, MeO<sub>2</sub>C, or EtO<sub>2</sub>C with R1 = PhSO<sub>2</sub>, MeSO<sub>2</sub>, or EtSO<sub>2</sub>); R3 = R4, R5, R6, R7; R8 = H, Cl, Me, MeO, EtO, AcNH, EtCONH, BzNH, MeSO<sub>2</sub>NH, EtSO<sub>2</sub>NH; R9 = H, Cl, Me, MeO, EtO; R10, R11 = H (un)substituted alkyl, allyl, PhCH<sub>2</sub> (excluding R10 = R11 = H); R12 = Cl, Me; R13 = H, Me, Ph; R14 = Me, C<sub>2</sub>-5 alkoxy carbonyl; R15 = H, C<sub>1</sub>-4 alkyl, C<sub>4</sub>-7 alkoxy alkyl]. Thus, di-Me acetonedicarboxylate [1830-54-2] was treated with ethoxymethylene malononitrile [123-06-8] in the presence of NaOMe to obtain 2-cyano-5-hydroxy-4,6-bis(methoxycarbonyl)aniline [97138-02-8] which was then diazotized and coupled with 3-acetamido-N,N-bis(2-carbomethoxyethyl)aniline [61038-96-8] to give I (R = H, R1 = R2 = CO<sub>2</sub>Me, R3 = R4, R8 = NHAc, R9 = H, R10 = R11 = CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CO<sub>2</sub>Me) [97138-18-6], red on polyester fiber.

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報 (A) 昭60-44557

⑫ Int.Cl.  
C 09 B 29/085  
29/12  
29/36  
29/42

識別記号

厅内整理番号  
7433-4H  
7433-4H  
7433-4H  
7433-4H

⑬ 公開 昭和60年(1985)3月9日  
審査請求 未請求 発明の数 2 (全8頁)

⑭ 発明の名称 不溶性モノアゾ化合物及びそれを用いる染色法

⑮ 特願 昭58-151702

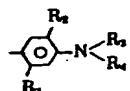
⑯ 出願 昭58(1983)8月22日

⑰ 発明者 多田 正二 春日部市柏壁東2-3-36番地

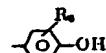
⑱ 出願人 日本化薬株式会社 東京都千代田区丸の内1丁目2番1号

⑲ 代理人 弁理士 竹田 和彦

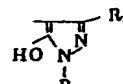
明細書



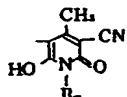
(II)



(III)



(IV)



(V)

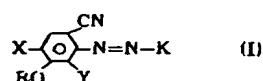
1. 発明の名称

不溶性モノアゾ化合物及びそれを用いる染色

法

2. 特許請求の範囲

(I) 式(I)



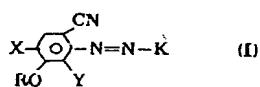
[式(I)中Xがメトキシカルボニル基又はエトキシカルボニル基の時Yはメトキシカルボニル基、エトキシカルボニル基を、又Xがフェニルスルホニル基、メチルスルホニル基、エチルスルホニル基の時Yは水素、メトキシカルボニル基又はエトキシカルボニル基を各々表わし、R1は水素、メチル基又はエチル基を表わす。]

Kは次式(II)、(III)、(IV)及び(V)を表わす。

(式(II)、(III)、(IV)及び(V)においてR1は水素、クロロ、メチル基、メトキシ基、エトキシ基、アセチルアミノ基、プロピオニルアミノ基、ベンゾイルアミノ基、メチルスルホニルアミノ基又はエチルスルホニルアミノ基を、R2は水素、クロロ、メチル基、メトキシ基又はエトキシ基をR3、R4は水素、炭素数1~4のア

ルキル基、アリル基、ベンジル基、シアノエチル基、炭素数3～4のアルコキシアルキル基、炭素数2～4のヒドロキシアルキル基、炭素数4～6のアシルオキシアルキル基、炭素数3～7のアルコキシカルボニルアルキル基又は炭素数4～7のアルコキシカルボニルオキシアルキル基（但しR<sub>3</sub>、R<sub>4</sub>が共に水素であることはない）を、R<sub>5</sub>はクロル又はメチル基を、R<sub>6</sub>は水素、メチル基又はフェニル基をR<sub>7</sub>はメチル基又は炭素数2～5のアルコキシカルボニル基を、R<sub>8</sub>は水素、炭素数1～4のアルキル基又は炭素数4～7のアルコキシアルキル基をそれぞれ表わす。）]で表わされるモノアゾ化合物。

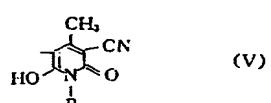
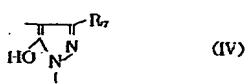
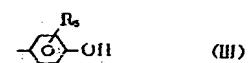
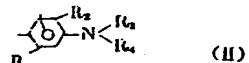
## (2) 式(I)



[式(I)中Xがメトキシカルボニル基又はエトキシカルボニル基の時、Yはメトキシカル

ボニル基、エトキシカルボニル基、又Xがフェニルスルホニル基、メチルスルホニル基又はエチルスルホニル基の時、Yは水素、メトキシカルボニル基、又はエトキシカルボニル基を各々表わし、R<sub>1</sub>は水素、メチル基又はエチル基を表わす。

Kは次式(II)、(III)、(IV)又は(V)を表わす。

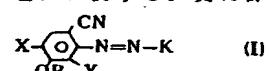


[但し式(II)、(III)、(IV)及び(V)においてR<sub>1</sub>は水素、クロル、メチル基、メトキシ基、エ

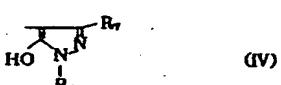
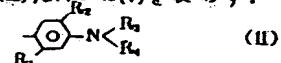
トキシ基、アセチルアミノ基、プロピオニルアミノ基、ベンゾイルアミノ基、メチルスルホニルアミノ基又はエチルスルホニルアミノ基をR<sub>2</sub>は水素、クロル、メチル基、メトキシ基又はエトキシ基を、R<sub>3</sub>、R<sub>4</sub>は水素、炭素数1～4のアルキル基、アリル基、ベンジル基、シアノエチル基、炭素数3～4のアルコキシアルキル基、炭素数2～4のヒドロキシアルキル基、炭素数4～6のアシルオキシアルキル基、炭素数3～7のアルコキシカルボニルアルキル基又は炭素数4～7のアルコキシカルボニルオキシアルキル基（但しR<sub>3</sub>、R<sub>4</sub>が共に水素であることはない）を、R<sub>5</sub>はクロル又はメチル基を、R<sub>6</sub>は水素、メチル基又はフェニル基を、R<sub>7</sub>はメチル基又は炭素数2～5のアルコキシカルボニル基を、R<sub>8</sub>は水素、炭素数1～4のアルキル基又は炭素数4～7のアルコキシアルキル基をそれぞれ表わす。)]で表わされるモノアゾ化合物を用いることを特徴とする吸水性纖維の染色法。

## 3. 発明の詳細な説明

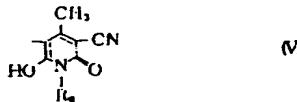
本発明はモノアゾ化合物及びこれを用いる吸水性纖維の染色法に関する。更に詳しくは式(I)



[式(I)中Xがメトキシカルボニル基又はエトキシカルボニル基の時、Yはメトキシカルボニル基、エトキシカルボニル基を、又Xがフェニルスルホニル基、メチルスルホニル基又はエチルスルホニル基の時、Yは水素、メトキシカルボニル基又はエトキシカルボニル基を各々表わし、R<sub>1</sub>は水素、メチル基又はエチル基を表わす。R<sub>2</sub>は水素、メチル基又はエチル基を表わす。R<sub>3</sub>、R<sub>4</sub>は次式(II)、(III)、(IV)又は(V)を表わす。



特開昭60-44557(3)



(但し式(II), (III), (IV)及び(V)においてR<sub>4</sub>は水素、クロル、メチル基、メトキシ基、エトキシ基、アセチルアミノ基、プロピオニルアミノ基、ベンゾイルアミノ基、メチルスルホニルアミノ基、又はエチルスルホニルアミノ基を、R<sub>4</sub>は水素、クロル、メチル基、メトキシ基又はエトキシ基を、R<sub>2</sub>, R<sub>4</sub>は水素、炭素数1～4のアルキル基、アリル基、ベンジル基、シアノエチル基、炭素数3～4のアルコキシカルボニル基、炭素数2～4のヒドロキシアルキル基、炭素数4～6のアシルオキシカルボニル基、炭素数3～7のアルコキシカルボニルアルキル基又は炭素数4～7のアルコキシカルボニルオキシカルボニル基  
(但しR<sub>2</sub>, R<sub>4</sub>が共に水素であることはない)をR<sub>4</sub>はクロル又はメチル基を、R<sub>4</sub>は水素、メチル基又はフェニル基を、R<sub>7</sub>は又は炭素数2～5の

アルコキシカルボニル基を、R<sub>4</sub>は水素、炭素数1～4のアルキル基又は炭素数4～7のアルコキシカルボニル基をそれぞれ表わす。)]で表わされるモノアゾ化合物及びこれを用いる極性染色法に関する。

本発明にかかる式(II)のモノアゾ化合物は式(VD)



(式中X, Y, Rは前記を意味する)

で示されるアニリン誘導体をジアゾ化してK II (Kは前記を意味する)で示されるカップリング成分にカップリングすることにより製造される。

本発明に於いて使用する式(VI)で示されるアニリン誘導体の具体的な例としては2-シアノ-4-メトキシカルボニル-5-ヒドロキシ-6-メトキシカルボニルアルキル基又は炭素数4～7のアルコキシカルボニルオキシカルボニル基  
2-シアノ-4-エトキシカルボニル-5-ヒドロキシ-6-エトキシカルボニル-アニリン、2-シアノ-4-エチルスルホニル-5-ヒドロキシ-6-メトキシカルボニル-アニリン等が例示されるが、これらは新規な化合物であり、エトキシメチレンマロンジトリルとXCH<sub>2</sub>COCH<sub>2</sub>Y (X, Yは前記を意味する)で示されるケトンをナトリウムアルコラートの存在下縮合後、更に必要に応じてこの縮合物にジメチル硫酸、ジエチル硫酸等のアルキル化試剤を反応せしめて製造されるものである。

本発明に於いて使用するカップリング成分式(II)～(V)は、アゾ系分散染料を製造する際、通常使用されるカップリング成分であり例えばN-エチル-N-シアノエチル-アニリン、N-

-メチル-N-アセトキシエチル-メタートルイジン、N,N-ジエチル-アセチル-メタミン、N,N-ジアリル-2-メトキシ-5-アセチルアミノ-アニリン、N,N-ジエチル-3-エチルスルホニルアミノ-アニリン、N,N-ジ-(β-ヒドロキシエチル)-3-ベンゾイルアミノ-アニリン、N,N-ジ-(メトキシカルボニルエチル)-3-アセチルアミノ-アニリン、N,N-ジ-(2-メトキシカルボニルオキシエチル)-3-アセチルアミノ-アニリン、オルソークレゾール、3-クロル-フェノール、1-フェニル-3-メチル-ビラゾン、1-フェニル-3-メトキシカルボニル-ビラゾン、1-(3,4-ジクロル-フェニル)-3-メチル-ビラゾン、1-ブチル-3-シアノ-4-メチル-6-ヒドロキシ-ビリドン(-2)、1-(2-メトキシエチル)-3-シアノ-4-メチル-6-ヒドロキシ-ビリドン(-2)等が例示される。

本発明に於けるジアゾ化及びカップリングは

常法で行うことが出来る。例えば、式(VI)のアニリン誘導体に酢酸或いは酢酸、プロピオン酸混合液中、5℃以下でニトロシル硫酸を作用せしめると容易にジアゾ化され、このジアゾ化液をカップリング成分を含有する水溶液乃至分散液中に10℃以下で加えると容易にカップリングする。この際必要に応じてソーダ灰、硫酸ソーダ等を加えてpHを調整することが望ましい。

本発明により得られるモノアゾ化合物は、繊維性樹脂、特にポリエステル樹脂、トリアセテート樹脂等の染色又は捺染に好適である。染色に際しては、該アゾ化合物を分散剤により分散化し、必要ならば他の染色助剤と混合してなる染料組成物として用いる。即ち該モノアゾ化合物をナフタレンスルホン酸のホルムアルデヒド結合物、リグニンスルホン酸、硫酸化クレオソート油等のアニオン系分散剤又はエチレンオキサイドとプロピオンオキサイドのブロック共重合物、アルキルフェノールのエチレンオキサイド附加物等の非イオン活性剤と少量の水の存在下

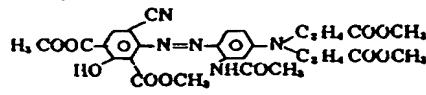
に、ボールミル或いはサンドミル等を用いて充分に湿式粉碎して染料組成物を得ることが出来る。この組成物を使用して、常法の高濃染色、キャリヤー染色、サーモゾル染色、捺染等を行う。連続染色の場合にはアルギン酸ソーダ等のマイグレーション防止剤、還元防止剤を、又捺染の場合には天然糊料合成糊剤、pH調整剤、漂染剤等を併用するのが望ましい。又還元剤、アルカリ剤を含む抜染剤をオーバープリントすることにより、防抜染、耐抜染等の柄捺染を行なうことが出来る。

本発明によるモノアゾ化合物は、紫、赤、黄色等の色相に染色をなし得るが、色相が極めて鮮明であり耐光、耐熱、耐摩擦堅牢度に優れている。又特に強調し得ることは、本発明の化合物は水酸基、或いはカルボキシ酸エステル基を有しているので未染着化合物はアルカリ剤により容易に除去出来、白堊汚染性が少なく、又アルカリ抜染に於いても抜染部の白度が極めて優れるという特性を有するものである。

以下に実施例をあげて本発明を具体的に説明するが「部」及び「%」は、それぞれ「重量部」及び「重量%」を示す。

#### 実施例 1.

酢酸-プロピオン酸(4:1)50部に2-シアノ-4,6-ジメチカルボニル-5-ヒドロキシアニリン5部を加え、攪拌下3℃以下で44%ニトロシル硫酸6部を加えて1時間攪拌し、ジアゾ化する。N,N-ジメチカルボニルエチル-3-アセチルアミノアニリン6.5部を含む2%塩酸溶液300部に、10℃以下で攪拌下、前記ジアゾ化液を滴下する。氷水500部を加えて1時間攪拌し、析出する化合物を沪別し、水洗乾燥する。下記構造の化合物9.3部が得られる。



$\lambda_{max}$  522 nm (85% Acetone solution)

ポリエステル樹脂の染色色相 赤

本実施例で使用した2-シアノ-4,6-ジメチカルボニル-5-ヒドロキシアニリンは下記の如く合成する。

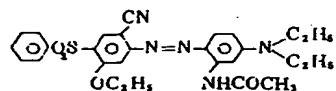
アセトン-ジカルボン酸ジメチルエステル14部をメタノール70部に溶解し、10℃以下で28%ナトリウムメチラートメタノール溶液15部を加え30分攪拌する。エトキシメチレンマロンジニトリル7.2部を加え20±2℃で1時間攪拌後、昇温し60-65℃で1時間攪拌する。10℃迄冷却し析出する結晶を沪別し水洗し乾燥する。2-シアノ-4,6-ジメチカルボニル-5-ヒドロキシアニリン6.7部が得られる。  
mp 290-291℃(分解)

#### 実施例 2.

酢酸-プロピオン酸(4:1)30部に2-シアノ-4-フェニルスルホニル-5-エトキシアニリン3部を加え、攪拌下3℃以下で44%ニトロシル硫酸3部を加えて1時間攪拌し、ジアゾ化する。N,N-ジエチル-アセトメタミン2.1部を含む1.5%塩酸溶液300部に10℃以下で攪

拌下、前記ジアゾ化液を滴下する。氷水 500 部を加えて 1 時間搅拌し析出する化合物を沪別し、水洗乾燥する。

下記構造のモノアゾ化合物 4.3 部が得られる。



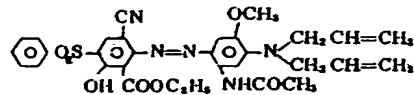
$\lambda_{\text{max}}$  530 nm (85%アセトン水溶液)

ポリエスチル繊維の染色色相 赤

本実施例で使用した 2-シアノ-4-フェニルスルホニル-5-エトキシーアニリンは下記の通り合成する。

ベンゼンスルフィン酸ナトリウム・2水塩 4.0 部クロルアセトン 2.3 部をジメチルホルムアミド中 90 ± 2°C で 2 時間搅拌する。氷水 200 部中に注加し析出物を沪別し、水洗乾燥する。フェニルスルホニルアセトン 3.2 部が得られる。mp 56 - 58°C、フェニルスルホニルアセトン 6 部をエタノール 50 部に加え 10°C 以下で 28% ナトリウムメチラートのメタノール溶液 1.6 部を加え

-6-エトキシカルボニル-アニリン 3.3 部を加え、搅拌下、3°C 以下で、44% ニトロシル硫酸 3 部を加え 1 時間搅拌してジアゾ化する。N,N-ジアリル-2-メトキシ-5-アセチルアミノ-アニリン 3 部を含有する 1.5% 塩酸溶液 300 部中に 10°C 以下で搅拌下、前記ジアゾ化液を滴下する。氷水 500 部を加えて 1 時間搅拌し、析出する化合物を沪別し、水洗乾燥する。下記構造の化合物 4.3 部が得られる。



$\lambda_{\text{max}}$  570 nm (85%アセトン水溶液)

ポリエスチル繊維の染色色相 紫

本実施例で使用した 2-シアノ-4-フェニルスルホニル-5-ヒドロキシ-6-エトキシカルボニル-アニリンは下記の如く合成する。

ベンゼンスルフィン酸ナトリウム 2 水塩 4 部、2-クロル-2-セト酢酸エチル 3.5 部をジメチルホルムアミド 2.5 部中 90 ± 2°C で 2 時間搅拌す

特開昭60-44557(5)

て 30 分搅拌する。エトキシメチレンマロンジニトリル 3.6 部を加え室温で 1 時間更に 75 ± 5°C で 30 分搅拌する。

反応液を沪別し、沪液を水 500 部中に注加し硫酸を加えて pH = 2 - 3 とし、析出するやハルツ状の析出物を沪別し、水洗する。2-シアノ-4-フェニルスルホニル-5-ヒドロキシーアニリンが得られる。アルコールより再結晶すると mp 208 - 211°C を示す。

2-シアノ-4-フェニルスルホニル-5-ヒドロキシーアニリン 3.6 部を水 50 部、苛性ソーダ 0.8 部中室温で搅拌し、ジエチル硫酸 2.5 部を約 1 時間を要して滴下し更に 1.2 時間搅拌する。析出物を沪別し、水洗乾燥すると 2-シアノ-4-フェニルスルホニル-5-エトキシーアニリンが得られる。アルコールより再結晶すると mp 254 - 257°C を示す。

#### 実施例 3.

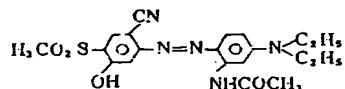
酢酸-プロピオン酸 (4 : 1) 40 部に 2-シアノ-4-フェニルスルホニル-5-ヒドロキシ

る。氷水 200 部に注加し析出するオイル状物質を傾窓により分離し若干量の水で洗う。この粗 2-フェニルスルホニルアセト酢酸エスチルをエタノール 30 部に溶解し、10°C 以下で 28% ナトリウムメチラートのメタノール溶液 5 部を加え 30 分搅拌する。更に、エトキシメチレンマロンジニトリル 1.6 部を加えて室温で 30 分搅拌した後 75 ± 2°C で 30 分搅拌する。冷却し析出する結晶を沪別する。アルコールより再結晶すると、mp 231 - 233°C を示す 2-シアノ-4-フェニルスルホニル-5-ヒドロキシ-6-エトキシカルボニル-アニリンが得られる。

#### 実施例 4.

酢酸-プロピオン酸 (4 : 1) 30 部に 2-シアノ-4-メチルスルホニル-5-ヒドロキシ-アニリン 2.2 部を加え、搅拌下 3°C 以下で 44% ニトロシル硫酸 3.0 部を加える。1 時間 0 ± 3°C で搅拌してジアゾ化する。N,N-ジエチルアセトメタミン 2.1 部を含む 2% 塩酸溶液に 10°C 以下で搅拌下、前記ジアゾ化液を滴下する。氷水

500部を加えて10℃以下で1時間攪拌し、析出物を沪別し、水洗し、乾燥する。下記構造のモノアゾ化合物3.4部が得られる。



$\lambda_{\max}$  498 nm (85%アセトン水溶液)

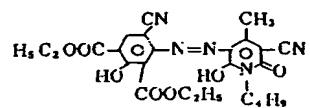
ポリエステル繊維の染色色相 赤

本実施例で使用した2-シアノ-4-メチルスルホニル-5-ヒドロキシ-アニリンは、実施例2に記載したベンゼンスルフィン酸ソーダ2水塩の代りにメタンスルフィン酸ナトリウム塩を使用して2-シアノ-4-フェニルスルホニル-5-エトキシアニリンと同様に合成する。

#### 実施例5.

酢酸-プロピオン酸(4:1)30部に2-シアノ-4,6-ジエトキシカルボニル-4-ヒドロキシアニリン2.7部を加え、搅拌下3℃以下で4.4%ニトロシル硫酸3部を加える。室温で時間搅拌しジアゾ化する。

4-ブチル-3-シアノ-4-メチル-6-ヒドロキシビリドン(-2)2.3部を苛性ソーダ0.2部、ソーダ灰7部と共に水300部中で搅拌し、10℃以下で前記ジアゾ液を滴下する。この際2.0%ソーダ灰水溶液を適時加えながらpHを9乃至6に調整する。析出する結晶を沪別し、水洗乾燥すると下記構造のモノアゾ化合物4.0部が得られる。

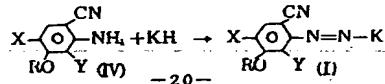


$\lambda_{\max}$  421 nm (85%アセトン水溶液)

ポリエステル繊維の染色色相 黄色

#### 実施例6～46.

実施例1～5と同様にして式(VI)のアニリン誘導体をジアゾ化してKHのカップリング成分にカップリングすると式(I)のモノアゾ化合物が得られる



No.	IV			KH				$\lambda_{\max}$ nm (85%アセトン 水溶液)	ポリエス テル繊維の 染色色相		
	X	Y	R	$\text{R}_1-\text{O}-\text{N}=\text{N}-\text{R}_2$							
				R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>				
6	-COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	565	紫		
7	-	-	-	-	-H	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	539	紫		
8	-	-	-	-	-	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OCOCH <sub>3</sub>	527	-		
9	-	-	-	-	-	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OCOOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OCOOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	525	-		
10	-	-	-	-NHCO <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	-	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	527	-		
11	-	-	-	-NHCO <sup>①</sup>	-	-	-	527	-		
12	-	-	-	-	-	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OCOCH <sub>3</sub>	515	-		
13	-	-	-	-CH <sub>3</sub>	-H	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> CN	508	-		
14	-	-	-	-	-	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> COOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> COOCH <sub>3</sub>	505	-		
15	-	-	-	-	-	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	513	-		
16	-	-	-	-Cl	-	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OCOCH <sub>3</sub>	492	黄赤		
17	-	-	-	CH <sub>2</sub> O-	CH <sub>2</sub> O-	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	537	紫		
18	-COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-	-NHCOCH <sub>3</sub>	-H	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	538	-		
19	-	-	-	CH <sub>3</sub>	-	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> COOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> COOCH <sub>3</sub>	505	-		
20	-	-	-	-	-	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OCOCH <sub>3</sub>	510	-		
21	-	-	-	-NHCOCH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> O-	-CH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>	-CH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>	562	紫		
22	-SO <sub>2</sub> <sup>①</sup>	-H	-	-NHCOCH <sub>3</sub>	-H	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> COOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> COOCH <sub>3</sub>	485	黄赤		
23	-	-	-	-NHCOCH <sub>3</sub>	-	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> CN	-H	472	-		
24	-	-	-	-CH <sub>3</sub>	-	-CH <sub>2</sub> CH(COOCH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	-CH <sub>2</sub> CH(COOCH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	479	-		
25	-	-	-	-CO <sub>2</sub> H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> CN	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	501	紫		
26	-	-	-	-CH <sub>3</sub>	-	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	508	-		

No.	IV			K H				$\lambda_{\text{max}}$ nm (65%アセトニ 水 溶液)	ポリエス タル樹脂の 染色性相		
	X	Y	R	$\text{R}_1 \text{O} \text{N}(\text{R}_2 \text{R}_3)$							
				R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>				
28	-SO <sub>2</sub> ◎	-COOCH <sub>3</sub>	-H	-NRCOOCH <sub>3</sub>	-H	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	368	紫		
29	-	-	-	-CH <sub>2</sub> O-	-CH <sub>2</sub> CH=CH-	-CH <sub>2</sub> CH=CH-	-CH <sub>2</sub> CH=CH-	570	-		
30	-SO <sub>2</sub> C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-H	-	-H	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	498	赤		
31	-SO <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	-	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-	-	-	-	513	-		
32	-	-	-CH <sub>2</sub>	-	-	-	-	513	-		
33	-	-	-	-CH <sub>2</sub>	CH <sub>2</sub> O-	-	-	495	黄 赤		
34	-	-	-	-NRCOOCH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OCH <sub>3</sub>	-H	492	-		
35	-COOCH <sub>3</sub>	-COOCH <sub>3</sub>	-	-NRCOOCH <sub>3</sub>	-Cl	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	510	紫		
36	-	-	-	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> O-	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> O-	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	548	-		
37	-	-	-	-H	-H	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-CH <sub>2</sub> ◎	492	黄 赤		
38	-COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-H	o-メチル-フェノール				441	黄		
39	-	-	-	o-ブロム-フェノール				439	-		
40	-	-	-	1-フニカル-3-メチル-ビラゾロン				435	-		
41	-	-	-	3-メチル-ビラゾロン				430	-		
42	-	-	-	1-メチル-3-メチル-ビラゾロン				432	-		
43	-	-	-	1-フニカル-3-エトキカルボニル-ビラゾロン				437	-		
44	-COOCH <sub>3</sub>	-COOCH <sub>3</sub>	-	N-ブタノ-3-シアノ-4-メチル-5-ヒドロキシビリドン (-2)				420	-		
45	-	-	-	N-(エトキシビリドン)-3-シアノ-4-メチル-5-ヒドロキシビリドン (-2)				418	-		
46	-	-	-	3-シアノ-4-メチル-5-ヒドロキシビリドン				415	-		

## 実施例 4.7.

実施例 1 で得られたモノアゾ化合物 3.0 部、デモール N (アニオン分散剤、花王アトラス製) 4.0 部、デモール C (アニオン分散剤、花王アトラス製) 3.0 部に若干量の水を加えスラリーとしサンドミルで充分攪拌式粉碎して微細に分散した状態にし、スプレードライヤーで乾燥する。水に良好に分散する染料組成物が得られる。このようにしてえられた染料組成物 4 部に水 3000 部を加えて分散液とし、若干量の酢酸を加えて pH = 5 に調整する。ポリエステル加工系繊物 100 部を浸漬し、加圧下 130°C とし、最高温度で 1 時間染色する。次いで染布を充分ソーピングして乾燥すると鮮明な赤色の染色物が得られる。日光、昇華、還元堅牢度が良好である。

## 実施例 4.8.

実施例 4.7 記載の染料組成物 2.0 部に水 1000 部を加えて分散液とするポリエステル加工系繊物を浸漬し、次いで 70% 重量増加まで校り、100 °C で一旦乾燥後 210°C で 60 秒乾熱処理する。

更に還元洗浄を行い充分水洗する。均一な赤色の染色布が得られる。

## 実施例 4.9.

実施例 2 記載のモノアゾ化合物よりの染料組成物 4 部  
元 樹 脂 6.0 部  
酒 石 酸 0.2 部  
亞塩素酸シーダ 0.5 部  
水 3.5.5 部  
計 1.00 部

## 元 樹

(シックニング 301 EX-RF 1.2%  
(ガム系樹脂)  
水 80%)

上記組成の混合物をホモミキサーで混合し、漆架糊を調製する。この漆架糊でポリエステル加工系繊物に捺印し、80 ± 5°C で 30 分中間乾燥する。

次いで 130° 30 分間ステーミングを行い昇色せしめる。水洗し続いて過洗して脱脂せしめ、還元洗浄すると堅牢な赤色の染色物が得られる。

実施例 5.0.

塩化第一錫	10部
サンソルト 7000 (芳香族系キャリヤー)	10部
ローカストビーンガム天然ゴム 12%水溶液	60部
水	20部
計	100部

上記をホモミキサーで混合し抜染糊を調製し実施例 4.7 記載の赤色染色布に印捺する。中間乾燥後 130° 20 分間スチーミングを行う。

次いで水洗、湯洗、還元洗蔵することにより抜染糊印捺部の白度が優れた赤色柄染色布が得られる。

実施例 5.1.

炭酸ソーダ	5部
グリセリン	10部
ソルビトーゼC-5 (エーテル化澱粉系糊剤)	5部
スノーアルギンSSL (アルギン酸ソーダ系糊剤)	55部
水	30部
計	100部

上記組成のアルカリ抜染糊をポリエステル加工

特開昭60-44557(8)

糸織物に印捺し、中間乾燥する。次いで下記組成の抜染糊をオーバープリントする。

実施例 1 記載のモノアゾ化合物からの染料組成物	6部
ソルビトーゼC-5	5部
スノーアルギンSSL	60部
水	34部
計	100部

中間乾燥後 130°C 20 分間スチーミングを行い、水洗、湯洗、還元洗蔵する。アルカリ抜染糊を印捺した部分の白度が優れた赤色柄染色布が得られる。

特許出願人 日本化装株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**